



Pupuk tripel super fosfat



© BSN 2005

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Mangala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi i

Prakata ii

1 Ruang lingkup 1

2 Acuan normatif..... 1

3 Istilah dan definisi 1

4 Syarat mutu 1

5 Pengambilan contoh 1

6 Cara uji 2

7 Syarat lulus uji 13

8 Syarat penandaan 13

9 Pengemasan..... 13

Bibliografi 14



Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Pupuk tripel super fosfat* ini merupakan revisi SNI 02-0086-1992. Standar ini direvisi sesuai dengan program pemerintah dalam rangka pengembangan industri pupuk serta perlindungan terhadap produsen dan konsumen pupuk, menjamin mutu produk yang beredar di dalam negeri dengan syarat mutu yang ditetapkan serta meningkatkan daya saing produk dalam negeri dengan produk luar negeri.

Standar ini telah dibahas dalam rapat-rapat teknis, rapat prakonsensus dan terakhir dibahas dalam rapat konsensus nasional pada tanggal 16 Juli 2003 di Jakarta. Hadir dalam rapat-rapat tersebut wakil-wakil dari instansi terkait, lembaga penelitian/balai pengujian, produsen dan konsumen.

Standar ini disusun oleh Panitia Teknik 134 S, Kimia Organik dan Agrokimia.



Pupuk tripel super fosfat

1 Ruang Lingkup

Standar ini meliputi acuan normatif, istilah dan definisi, syarat mutu, pengambilan contoh, cara uji, syarat lulus uji, syarat penandaan dan pengemasan pupuk tripel super fosfat.

2 Acuan normatif

SNI 19-0428-1998, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*.

Official Methods of Analysis AOAC International, 17th Edition, Volume 1, 2000, Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. Chapter 2 – Fertilizers.

3 Istilah dan definisi

3.1

pupuk tripel super fosfat

pupuk buatan berbentuk butiran (*granular*) yang dibuat dari reaksi batuan fosfat dengan asam fosfat sehingga dihasilkan senyawa dengan komponen utama mono kalsium fosfat, $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$

4 Syarat mutu

Tabel 1 Syarat mutu pupuk tripel super fosfat

No	Uraian	Satuan	Persyaratan
1	Fosfor sebagai P_2O_5		
	- Total	%	min. 45
	- Larut dalam larutan asam sitrat 2 %	%	min. 40
	- Larut dalam air	%	min. 36
2	Asam bebas sebagai H_3PO_4	%	maks. 6
3	Kadar air	%	maks. 5
4	Cemaran logam		
	- Kadmium (Cd)	ppm	maks. 100
	- Timbal (Pb)	ppm	maks. 500
	- Raksa (Hg)	ppm	maks. 10
5	Arsen (As)	ppm	maks. 100
CATATAN Semua persyaratan kecuali kadar air dihitung atas dasar bahan kering (adbk).			

5 Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 19-0428-1998, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*.

6 Cara uji

6.1 Kadar unsur hara fosfor sebagai P_2O_5

6.1.1 Kadar P_2O_5 total

Metode ini sesuai dengan *Official Methods of Analysis of AOAC International*, 17th Edition, Volume I, 2000, butir 2.3.01 dan butir 2.3.02.

6.1.2 Kadar P_2O_5 larut dalam asam sitrat 2 %

6.1.2.1 Pereaksi

6.1.2.1 Larutan asam sitrat 2 %

- Larutkan 100 gram asam sitrat ($C_6H_8O_7 \cdot 4H_2O$) dalam akuades, encerkan menjadi 1 liter (larutan ini dapat diawetkan dengan penambahan 0,1 g asam salisilat).
- Sebelum digunakan, encerkan bagian larutan tersebut dengan akuades, dengan perbandingan 1: 5.

6.1.2.2 Larutan standar fosfat

- Larutkan 1,9178 g KH_2PO_4 (sebelumnya telah dikeringkan selama ± 2 jam pada suhu $105^\circ C$) dalam akuades dan encerkan secara tepat menjadi 1 liter (P_2O_5 1 mg/mL).
- Encerkan deret larutan fosfat dengan akuades sehingga tiap larutan mengandung (0,1-0,8) mg P_2O_5 dengan interval 0,1 mg.
- Larutan dapat diawetkan dengan penambahan (2-3) mL HNO_3 untuk tiap 1 liter larutan.

6.1.2.3 Larutan pengembang warna (amonium molibdovanadat)

- Larutkan 40 g amonium molibdat ($(NH_4)_4 Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$) tambahkan 400 mL akuades hangat, lalu dinginkan (Larutan A).
- Larutkan 2 g amonium metavanadat (NH_4VO_3) dalam 250 mL akuades hangat, dinginkan, kemudian tambahkan 450 mL 70% $HClO_4$ (Larutan B).
- Campurkan kedua larutan tersebut (larutan A dan larutan B) kemudian aduk sampai homogen, encerkan sampai 2 L dan simpan dalam botol berwarna. Pereaksi ini tidak tahan dalam waktu lama.

6.1.2.2 Peralatan

- timbangan analitis;
- spektrofotometer;
- labu ukur 100 mL, 250 mL dan 1000 mL;
- pipet ukur 20 mL;
- kertas saring.

6.1.2.3 Preparasi contoh

- Timbang teliti 1 g contoh, masukkan dalam labu ukur 250 mL, tambahkan 150 mL larutan asam sitrat 2 % pada suhu $30^\circ C$, kocok selama 1 jam pada (30-40) rpm dan suhu dijaga $30^\circ C$, dinginkan pada suhu ruang.
- Kemudian encerkan dengan akuades hingga tanda batas, segera saring menggunakan kertas saring kering.

6.1.2.4 Penetapan

- Pipet larutan contoh (0,5 mg - 3,5 mg sebagai P atau 1 mg - 8 mg sebagai P_2O_5) dan kurang dari jumlah setara 17 mL larutan asam sitrat 2 %.
- Masukkan ke dalam labu ukur 100 mL, tambahkan 4 mL HNO_3 (1:1), tambahkan suplemen asam sitrat hingga setara dengan 17 mL, dan dididihkan.
- Setelah dingin, encerkan dengan akuades secukupnya, tambahkan 20 mL pereaksi pengembang warna (amonium molibdovanadat), encerkan dengan akuades hingga tanda, kocok hingga homogen dan biarkan selama 30 menit.
- Pipet 10 mL masing-masing larutan standar, buat deret standar dengan interval 0,5 mg sebagai P atau 1 mg sebagai P_2O_5 (Penggunaan larutan standar harus mempunyai absorbansi dibawah dan diatas contoh atau direkomendasikan absorbansi antara 0,1-0,7). Masukkan dalam labu ukur 100 mL dan lakukan pengerjaan seperti pada contoh.
- Baca absorbansi dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 400 nm - 420 nm. Buat kurva standar dan kadar tentukan P atau P_2O_5 .
- Buat kurva standar setiap kali melakukan pengujian contoh.
- Hitung koefisien korelasi kurva standar (minimal = 0,995).
- Lakukan pengerjaan minimal duplo.
- Lakukan pengecekan akurasi analisis dengan frekuensi tertentu (% perolehan kembali: 95 % - 105 %).

6.1.2.5 Perhitungan

$$\text{Kadar fosfor sebagai } P_2O_5, \% = \frac{C \times P}{W} \times 100 \times \frac{100}{(100 - KA)}$$

dengan:

C adalah fosfor dari pembacaan kurva standar, mg/L;

P adalah pengenceran;

W adalah contoh, mg;

KA adalah kadar air.

6.1.3 Kadar P_2O_5 larut dalam air

Kadar ini diuji sesuai dengan *Official Methods of Analysis of AOAC International*, 17th Edition, Volume I, 2000, butir 2.3.06. dan butir 2.3.09.

6.2 Kadar asam bebas sebagai H_3PO_4

6.2.1 Prinsip

Asam bebas dalam contoh dilarutkan dengan aseton kemudian diencerkan 1:1 dengan akuades dan dititar dengan natrium hidroksida.

6.322 Pereaksi

- Aseton 99,5 % p.a.
- Natrium hidroksida (NaOH) 0,25 N
Larutkan 10 gram natrium hidroksida p.a tambah 1 liter dengan akuades, aduk sampai homogen. Larutan natrium hidroksida distandardisasi dengan asam oksalat, dititar menggunakan indikator fenolftalein.
- Indikator fenolftalein (pp) 1%.

6.2.3 Peralatan

- neraca analitis;
- lumpang porselen penghalus contoh;
- ayakan mesh 80;
- erlenmeyer tutup asah 250 ml;
- pengaduk magnet;
- pipet gondok 50 ml, 100 ml;
- corong;
- erlenmeyer 250 ml;
- buret 50 ml;
- kertas saring Whatman 40.

6.2.4 Cara kerja

- a) Timbang (3-5) gram contoh yang telah dihaluskan (lolos ayakan mesh 80) ke dalam erlenmeyer yang kering.
- b) Tambahkan 100 mL tepat aseton p.a, kemudian diaduk selama 30 menit menggunakan pengaduk magnet.
- c) Saring segera dengan kertas saring Whatman 40 ke dalam tempat yang kering, hindari kemungkinan penguapan.
- d) Pipet 50 mL, saring dan masukan ke dalam erlenmeyer 250 mL yang kering (hindari kemungkinan penguapan).
- e) Tambahkan 50 mL akuades dengan 3 tetes sampai dengan 4 tetes indikator fenolftalein.
- f) Titer dengan larutan NaOH 0,25 N sampai titik akhir, catat volume titran.

6.2.5 Perhitungan

$$\text{Asam bebas sebagai H}_3\text{PO}_4 \text{ (adbk) \%} = \frac{V \times N \times 49 \times P}{W} \times 100 \times \frac{100}{(100 - KA)}$$

dengan:

V adalah volume NaOH yang dipakai untuk titrasi, dinyatakan dalam, mL;

N adalah normalitas NaOH 0,25 N;

W adalah berat contoh, dinyatakan dalam mg;

P adalah pengenceran;

KA adalah kadar air, %.

6.3 Kadar air

Kadar air diuji sesuai dengan *AOAC Official Methods, 17th Edition, Volume I, 2000*, butir 2.2.01.

6.4 Cara uji cemaran logam

6.4.1 Kadmium (Cd)

6.4.1.1 Prinsip

Analisis kadmium dengan spektrofotometer serapan atom berdasarkan pada proses penyerapan energi radiasi atom pada panjang gelombang 228,8 nm.

6.4.1.2 Peralatan

- Spektrofotometer serapan atom (SSA) yang mempunyai panjang gelombang 190 nm – 870 nm.
- Lampu katoda cekung Cd.
- Labu ukur 100 mL.
- Pipet volume 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL.
- Kaca arloji sesuai dengan ukuran beker gelas tinggi yang digunakan.
- Beker gelas tinggi.

6.4.1.3 Perekasi

- Larutan standar induk Cd 1000 ppm.
- Akuades bebas Cd.
- Asam klorida (HCl) pekat, sp.gr 1.18.
- Asam nitrat (HNO₃) pekat, sp.gr 1.38.
- Asam perklorat (HClO₄) pekat, sp.gr 1.55.

6.4.1.4 Cara kerja

6.4.1.4.1 Penyiapan contoh

A. Pupuk organik dan rock fosfat

- a) Timbang contoh (1 – 5) gram secara akurat ke dalam beker gelas tinggi.
- b) Tambah lebih kurang 30 mL asam klorida (HCl) pekat dan 10 mL asam nitrat (HNO₃) pekat.
- c) Tutup dengan kaca arloji yang sesuai. Panaskan hingga mendidih lebih kurang 30 menit. Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan.
- d) Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5), panaskan hingga larut semua.
- e) Pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil dibilas dengan akuades.
- f) Tepatkan hingga tanda batas dengan akuades dan bila perlu disaring.
- g) Larutan siap diukur dengan alat SSA.

B. Contoh yang mengandung silika tinggi

- a) Timbang (2– 5) gram contoh secara akurat ke dalam beker gelas tinggi.
- b) Basahi contoh dengan sedikit penambahan akuades.
- c) Tambahkan lebih kurang 5 mL asam nitrat (HNO₃) pekat dan 10 mL asam perklorat (HClO₄) pekat.
- d) Tutup dengan kaca arloji yang sesuai. Panaskan hingga mendidih lebih kurang 30 menit, sambil sewaktu-waktu digoyang untuk melarutkan zat yang tidak larut. Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan.
- e) Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5), panaskan hingga larut semua.
- f) Pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil dibilas dengan akuades.
- g) Tepatkan hingga tanda batas dengan akuades dan bila perlu disaring.
- h) Larutan siap diukur dengan alat SSA.

C. Pupuk yang mengandung zat organik

- a) Timbang (2 – 5) gram contoh secara akurat ke dalam beker gelas tinggi.
- b) Tambah 15 mL asam klorida (HCl) pekat dan 5 mL asam nitrat (HNO₃) pekat.
- c) Tutup kaca arloji yang sesuai. Panaskan secara perlahan di atas pemanas listrik, bila timbul busa maka hentikan pemanasan dan biarkan dingin kemudian tambahkan 15 mL

asam klorida (HCl) pekat dan 5 mL asam nitrat (HNO₃) pekat, sambil membilas bagian dinding beker gelas tinggi.

- d) Panaskan kembali hingga larut sempurna, sambil sewaktu-waktu digoyang untuk melarutkan zat yang tidak larut.
- e) Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan.
- f) Bila tidak timbul busa, langsung tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5).
- g) Panaskan hingga larut semua, pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil dibilas dengan akuades.
- h) Tepatkan hingga tanda batas dengan akuades dan bila perlu di saring.
- i) Larutan siap diukur dengan alat SSA.

6.4.1.4.2 Pembuatan larutan standar

A. Larutan standar baku Cd 100 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk kadmium 1000 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO₃ 1N).

B. Larutan standar baku Cd 10 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk kadmium 100 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO₃ 1N).

C. Larutan standar kerja Cd 0,0 ppm; 0,2 ppm, 0,5 ppm, 1,0 ppm dan 2,0 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk kadmium 10 ppm ke dalam labu 50 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO₃ 1N).

6.4.1.4.3 Pengukuran

- a) Siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaannya.
- b) Ukur absorban larutan standar dan contoh dengan alat SSA.
- c) Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian) dengan memplotkan antara konsentrasi standar dengan absorban yang terukur oleh alat SSA.
- d) Hitung koefisien regresi dari kurva standar (minimal $r = 0,9975$), buat persamaan regresi kurva kalibrasi standar.
- e) Hitung konsentrasi contoh melalui kurva kalibrasi atau melalui slope.

6.4.1.4.4 Pengendalian mutu hasil uji

- a) Lakukan analisis minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % (RSD).
- b) Lakukan pemantauan unjuk kerja alat SSA dengan frekuensi tertentu.
- c) Lakukan *recovery*/temu balik dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang % *recovery* adalah 85 % - 115 %.
- d) Lakukan analisis blangko.

6.4.1.5 Perhitungan

$$\text{Kadar Cd, ppm} = \frac{C \times P \times V}{W}$$

dengan:

C adalah konsentrasi (ppm) Cd hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan

garis kurva standar;
 P adalah faktor pengenceran;
 W adalah bobot contoh (g);
 V adalah volume akhir labu (mL).

Sesuaikan hasil perhitungan bila dilaporkan atas dasar berat kering.

6.4.2 Timbal (Pb)

6.4.2.1 Prinsip

Analisis timbal dengan spektrofotometer serapan atom berdasarkan pada proses penyerapan energi radiasi atom pada panjang gelombang 283,3 nm.

6.4.2.2 Peralatan

- Spektrofotometer serapan atom (SSA) yang mempunyai panjang gelombang 190 nm – 870 nm lebar celah 0,2 nm – 0,7 nm.
- Lampu katoda cekung Pb.
- Labu ukur 100 mL.
- Pipet volume 25 mL.
- Pipet volume 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL.
- Kaca arloji sesuai dengan ukuran beker gelas tinggi yang digunakan.
- Beker gelas tinggi.

6.4.2.3 Pereaksi

- Larutan standar induk Pb 1000 ppm.
- Akuades bebas Pb.
- Asam klorida (HCl) pekat, sp.gr 1.18.
- Asam nitrat (HNO_3) pekat, sp.gr 1.38.
- Asam perklorat (HClO_4) pekat sp.gr 1.55.

6.4.2.4 Cara kerja

6.4.2.4.1 Penyiapan contoh

A. Pupuk organik dan rock fosfat

- a) Timbang contoh (1 – 5) gram secara akurat ke dalam beker gelas tinggi.
- b) Tambah lebih kurang 30 mL asam klorida (HCl) pekat dan 10 mL asam nitrat (HNO_3) pekat.
- c) Tutup dengan kaca arloji yang sesuai.
- d) Panaskan hingga mendidih lebih kurang 30 menit di atas pemanas.
- e) Buka kaca arloji penutup, evaporasi larutan hingga kering di atas *water-bath*.
- f) Tambah sejumlah kecil asam klorida (HCl), ulangi evaporasi hingga kering dan biarkan dingin.
- g) Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 +5).
- h) Panaskan hingga larut semua dan dinginkan.
- i) Pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil dibilas dengan akuades.
- j) Tepatkan hingga tanda batas dengan akuades dan bila perlu disaring.
- k) Larutan siap diukur dengan alat SSA.

B. Pupuk yang mengandung zat organik

- Timbang (2 – 5) gram contoh secara akurat ke dalam beker gelas tinggi.
- Tambah 30 mL asam nitrat (HNO_3) pekat.
- Tutup dengan kaca arloji yang sesuai. Panaskan secara perlahan di atas pemanas listrik. Bila muncul busa hentikan pemanasan biarkan dingin semalaman kemudian tambahkan (30 – 50) mL campuran $\text{HClO}_4 - \text{HNO}_3$.
- Panaskan kembali tanpa kaca arloji penutup, hingga uap asam terevaporasi. Bila sudah muncul uap putih, tutup kembali dengan kaca arloji dan panaskan minimal 10 menit hingga larut sempurna sambil sewaktu-waktu digoyang untuk melarutkan zat yang tidak larut.
- Bila destruksi zat organik masih belum sempurna tambahkan sedikit lagi HNO_3 dan panaskan kembali hingga larut sempurna.
- Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan.
- Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5), panaskan hingga larut semua.
- Pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil dibilas dengan akuades.
- Tepatan hingga tanda batas dengan akuades dan bila perlu disaring, larutan siap diukur dengan alat SSA.

6.4.2.4.2 Pembuatan larutan standar**A. Larutan standar baku Pb 100 ppm**

- Pipet 10 mL larutan induk timbal 1000 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

B. Larutan standar baku Pb 10 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk timbal 100 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

C. Larutan standar kerja Pb 0,0 ppm; 2,0 ppm, 5,0 ppm, 10,0 ppm, 20,0 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk timbal 10 ppm ke dalam labu 50 mL.
- Tepatan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

6.4.2.4.3 Pengukuran

- Siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaannya.
- Ukur absorban larutan standar dan sampel dengan alat SSA.
- Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian) dengan memplotkan antara konsentrasi standar dengan absorban yang terukur oleh alat SSA.
- Hitung koefisien regresi dari kurva standar (minimal $r = 0,9975$).
- Buat persamaan regresi kurva kalibrasi standar.
- Hitung konsentrasi contoh melalui kurva kalibrasi atau melalui slope.

6.4.2.4.4 Pengendalian mutu hasil uji

- Lakukan analisis minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % (RSD).
- Lakukan pemantauan unjuk kerja alat SSA dengan frekuensi tertentu.
- Lakukan uji *recovery*/temu balik dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang % *recovery* adalah 85 % - 115 %.
- Lakukan analisis blangko.

6.4.2.5 Perhitungan

$$\text{Kadar Pb, ppm} = \frac{C \times P \times V}{W}$$

dengan:

- C adalah konsentrasi (ppm) Pb hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar;
- P adalah faktor pengenceran;
- W adalah bobot contoh (g);
- V adalah volume akhir labu (mL).

6.4.3 Raksa (Hg)

6.4.3.1 Prinsip

Raksa dioksida menjadi ion raksa, ion raksa kemudian direduksi menjadi logam raksa, dilanjutkan dengan analisa serapan atom uap dingin pada panjang gelombang 253,7 nm.

6.4.3.2 Peralatan

- Spektrofotometer serapan atom (SSA) yang mempunyai panjang gelombang 190 nm – 870 nm dan lebar 0,2 nm – 0,7 nm.
- Mercury vapour unit (MVU).
- Lampu katoda cekung Hg.
- Labu destruksi yang dapat dihubungkan dengan pendingin refluks.

6.4.3.3 Pereaksi

- Larutan standar Hg 1000 ppm.
- Akuades bebas Hg.
- Asam nitrat (HNO₃) pekat.
- Kalium permanganat (KMnO₄) 0,5 %.
- Asam sulfat (H₂SO₄) pekat.
- Asam nitrat (HNO₃) pekat.
- Larutan natrium klorida hidroksilamin sulfat (larutkan 120 g NaCl dan 120 g (NH₂OH)₂H₂SO₄) dalam 1 liter air.

6.4.3.4 Cara kerja

6.4.3.4.1 Penyiapan contoh

A. Pupuk

- a) timbang secara akurat contoh sebanyak (2 – 5) gram pupuk organik atau (5 – 10) gram untuk yang mengandung zat organik ke dalam labu destruksi tertutup asah yang dapat dihubungkan dengan pendingin refluks.
- b) Bila perlu basahi contoh dengan lebih kurang 5 mL akuades dan tambahkan beberapa butir batu didih.
- c) Tambah (10 – 20) mL HNO₃ (asam nitrat) pekat dan 10 mL H₂SO₄ (asam sulfat) pekat.
- d) Hubungkan dengan pendingin refluks.
- e) Direkomendasikan untuk mendinginkan selama satu malam.
- f) Panaskan kurang lebih satu jam.
- g) Hentikan pemanasan bila muncul uap putih. Dinginkan, tambahkan 2 mL larutan KMnO₄ (dalam hal pupuk mengandung zat organik, tambahkan 1 gram KMnO₄) dan dididihkan.

Jika larutan tetap tidak berwarna, tambah lagi KMnO_4 hingga warna stabil minimal 10 menit.

- h) Dinginkan, pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil membilas refluks.
- i) Tepatkan hingga tanda batas dengan akuades bebas merkuri.
- j) Larutan siap diukur dengan alat SSA.

6.4.3.4.2 Pembuatan larutan standar

A. Larutan standar baku Hg 100 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk merkuri 1000 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

B. Larutan standar baku Hg 10 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk merkuri 100 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

C. Larutan standar baku Hg 1 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk merkuri 10 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

D. Larutan standar kerja Hg 0,0 ppb; 10,0 ppb, 20,0 ppb, 40,0 ppb, 50,0 ppb, 100 ppb

- Pipet sesuai kebutuhan larutan induk merkuri 1 ppm ke dalam labu 50 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).
- Perlakukan sama antara sampel dengan standar (lihat penyiapan contoh).

6.4.3.4.3 Pengukuran

- a) Siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaannya.
- b) Pindahkan larutan standar dan contoh ke dalam tabung SSA, tambah tetes demi tetes larutan hidrosilamin hidroklorida hingga warna KMnO_4 tidak muncul lagi (tepat hilang).
- c) Segera tambahkan 10 mL SnCl_2 dan langsung hubungkan dengan peralatan aerasi SSA.
- d) Ukur absorban larutan standar dan sampel.
- e) Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian) dengan memplotkan antara konsentrasi standar dengan absorban yang terukur oleh alat SSA.
- f) Hitung koefisien regresi dari kurva standar (minimal $r = 0,9975$).
- g) Buat persamaan regresi kurva kalibrasi standar.
- h) Hitung koefisien contoh melalui kurva kalibrasi atau melalui slope.

6.4.3.4.4 Pengendalian mutu hasil uji

- a) Lakukan analisis minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % (RSD).
- b) Lakukan pemantauan unjuk kerja alat SSA dengan frekuensi tertentu.
- c) Lakukan uji *recovery*/temu balik dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang % *recovery* adalah 85 % - 115 %.

6.4.3.5 Perhitungan

$$\text{Kadar Hg, ppm} = \frac{C \times P \times V}{W}$$

dengan:

- C adalah konsentrasi (ppb) Hg hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar;
- P adalah faktor pengenceran;
- W adalah bobot contoh (g);
- V adalah volume akhir labu (mL).

6.5 Arsen (As)

6.5.1 Prinsip

Contoh didestruksi dengan asam menjadi larutan arsen. Larutan As^{5+} direduksi dengan KI menjadi As^{3+} dan direaksikan dengan NaBH_4 atau SnCl_2 sehingga terbentuk AsH_3 yang kemudian dibaca dengan SSA pada panjang gelombang 193,7 nm.

6.5.2 Pereaksi

- Natrium borohidrida
- Larutkan 3 g NaBH_4 dan 3 g NaOH dalam 500 mL akuades.
- Asam klorida 8 M
- Encerkan 66 mL HCl 37 % hingga 100 mL akuades.
- Timah klorida 10 %
- Timbang 50 g $\text{SnCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ke dalam piala gelas 200 mL. tambah 100 mL HCl 37 %. Panaskan hingga larutan jernih. Dinginkan, kemudian tuangkan ke dalam labu ukur 500 mL dan tambahkan dengan akuades.
- Kalium iodida 20 %
- Timbang 20 g KI ke dalam labu ukur 100 mL, dan tambahkan dengan akuades (larutan harus dibuat langsung sebelum digunakan).
- Asam klorida (HCl) pekat.
- Asam sulfat (H_2SO_4) pekat.
- Asam perklorat (HClO_4) pekat.

6.5.3 Peralatan

- Spektrofotometer serapan atom (SSA).
- Lampu arsen.
- Generator (HVG).
- Tabung reaksi atau "auto sample".
- *Hydride vapour unit* (HVU).
- Pipet volume 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL.

6.5.4 Cara kerja

6.5.4.1 Penyiapan contoh

- a) Timbang contoh (1–5) gram secara akurat ke dalam beker (direkomendasikan porselin).
- b) Basahi dengan sedikit H_2O .

- c) Tambah 2 mL H_2SO_4 , lebih kurang 5 mL (asam nitrat) HNO_3 dan 20 mL (asam perklorat) HClO_4 .
- d) Panaskan sampai timbul uap putih HClO_4 hingga hampir kering (hati-hati).
- e) Biarkan dingin, tambah akuades hingga larut.
- f) Pindahkan ke dalam labu ukur 100 mL sambil bilas.
- g) Larutan siap diukur dengan alat SSA.

6.5.4.2 Pembuatan standar

A. Larutan standar baku As 100 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk arsen 1000 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

B. Larutan standar baku As 10 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk arsen 100 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

C. Larutan standar baku As 1 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk arsen 10 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

D. Larutan standar kerja As 0,0 ppb; 10,0 ppb, 20,0 ppb, 40,0 ppb, 50,0 ppb, 100 ppb

- Pipet sesuai kebutuhan larutan induk arsen 1 ppm ke dalam labu 50 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).
- Perlakukan sama antara sampel dengan standar (lihat penyiapan contoh).

6.5.4.3 Pengukuran dan persiapan alat

- a) Hubungkan generator HVG pada SSA berikut kelengkapannya, kemudian nyalakan alat, atur kondisi alat sesuai dengan instruksi kerja alat.
- b) Siapkan NaBH_4 dan HCl dalam tempat yang sesuai dengan yang ditentukan oleh alat.
- c) Pipet 25 mL larutan contoh dan standar serta blangko, tambahkan 2 mL HCl 8 M dan 0,1 mL KI 20 % dan 1 mL SnCl_2 kemudian biarkan minimal 2 menit.
- d) Nyalakan burner serta tombol pengatur aliran pereaksi dan aliran contoh.
- e) Ukur absorbansi larutan standar dan contoh dengan blangko sebagai koreksi.
- f) Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian) dengan memplotkan antara konsentrasi standar dengan absorbansi yang terukur oleh alat SSA.
- g) Hitung koefisien regresi dari kurva standar (minimal $r = 0,9975$).
- h) Buat persamaan regresi kurva kalibrasi standar.
- i) Hitung konsentrasi contoh melalui kurva kalibrasi atau melalui slope.

6.5.4.3.1 Pengendalian mutu hasil uji

- a) Lakukan analisis minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % (RSD).
- b) Lakukan pemantauan unjuk kerja alat SSA dengan frekuensi tertentu.
- c) Lakukan uji *recovery*/temu balik dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang % *recovery* adalah 85 % - 115 %.
- d) Lakukan analisis blangko.

6.5.5 Perhitungan

$$\text{Kadar As, ppm} = \frac{C \times P \times V}{W}$$

dengan:

C adalah ppm arsen hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar;

P adalah faktor pengenceran;

W adalah bobot contoh (g);

V adalah volume akhir labu (mL).

7 Syarat lulus uji

Produk dinyatakan lulus uji apabila memenuhi syarat mutu pada butir 4.

8 Syarat penandaan

Pada setiap kemasan dicantumkan minimal:

- nama produk / nama dagang;
- kadar P_2O_5 ;
- berat bersih;
- lambang/logo perusahaan;
- tulisan "Jangan digancu";
- nama dan alamat produsen atau importir.

9 Pengemasan

Produk dikemas dalam wadah yang tertutup rapat, tidak dipengaruhi atau mempengaruhi isi, aman dalam penyimpanan dan pengangkutan.

Bibliografi

Pusat Penelitian Tanah dan Agroklimat, 1999, *Petunjuk Teknis Uji Mutu dan Efektifitas Pupuk Alternatif*, Badan Litbang Pertanian, Bogor

Sampling and analysis solid fertilizers, 2nd Edition, 1968, National Plant Food Institute.

The International Fertilizer Society Publications, 1999, USA.







BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.or.id